

See English Equivalent US 6,124,392

PROCESS FOR THE CONTINUOUS PRODUCTION OF HTV SILICONE COMPOUNDS

Publication number: JP6503048 (T)

Publication date: 1994-04-07

Inventor(s): HAIKURAA MANFUREETO, ; SHUTARII FURIIIDORIN, ;
RATOKA RUUDORUFU, ; SHURIIIFU AROISU

Applicant(s): WACKER CHEMIE GMBH

Classification:






- International: B29B7/42; C08J3/20; C08K3/36; C08L83/04; B29K63/00;
B29B7/34; C08J3/20; C08K3/00; C08L83/00; (IPC1-
7): B29B7/42; B29K63/00; C08K3/36; C08L83/04

- European: C08J3/20

Application number: JP19920502487T 19920116

Priority number(s): DE19914103602 19910207; WO1992EP00080 19920116

Also published as:

 JP2531912 (B2)
 WO9213694 (A1)
 US6124392 (A)
 RU2091222 (C1)
 KR970000921 (B1)

more >>

Abstract not available for JP 6503048 (T)

Data supplied from the *espacenet* database — Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表平6-503048

第2部門第4区分

(43) 公表日 平成6年(1994)4月7日

(51) Int. Cl. ⁴	識別記号	庁内整理番号	F I
B 2 9 B 7/42		9356-4F	
C 0 8 K 3/36			
C 0 8 L 83/04	L R X	8319-4J	
B 2 9 K 83:00			

審査請求 有 予備審査請求 有 (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平4-502457
 (86) (22) 出願日 平成4年(1992)1月15日
 (85) 翻訳文提出日 平成5年(1993)8月6日
 (86) 国際出願番号 PCT/EP92/00080
 (87) 国際公開番号 WO93/13694
 (87) 国際公開日 平成4年(1992)8月20日
 (31) 優先権主張番号 P 4 1 0 3 6 0 2、3
 (32) 優先日 1991年2月7日
 (33) 優先権主張国 ドイツ (DE)
 (81) 指定国 EP (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IT, LU, MC, NL, SE), JP, KR, RU, US

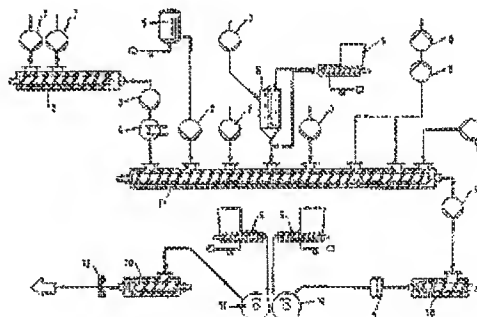
(71) 出願人 ワツカー・ケミー ゲゼルシャフト ミツト ベシユレンクテル ハフツング
 ドイツ連邦共和国 D-8000 ミュンヘン 83 ハンズ・ザイデル・ブラツ 4
 (72) 発明者 ハイスラー, マンフレート
 ドイツ連邦共和国 D-8261 エマーティンク ミュールバッハシュトラッセ 52
 (73) 発明者 シュタリー, フリードリン
 ドイツ連邦共和国 D-8263 ブルクハウゼン マルクトラー シェトラッセ 84
 (74) 代理人 弁理士 矢野 敏雄 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 H T V シリコン材料の連続的製造法

(57) 【要約】

本発明は H T V シリコン材料を連続的に製造する方法に関し、この方法は振動型の一軸バックステップ混練機中で、25℃で50～100000 Pas の粘度を有するジオルガノ（ポリ）シロキサン100重量部を、0.01 kg/l を上回る突き詰め密度を有する微粒状二酸化塩素少なくとも20重量部と混合し、かつ均一化することによって特徴付けられる。



特 許 要 約

1. 高圧シリコーン材料の連続的製造法において、
 押出機の一軸バックステップ流線機中で、25℃で
 50～100g/gの割合を有するジオルガ
 ノ（ポリ）シロキサン100重量部を、0.01と
 5/1を上回る密度の樹脂を有する炭酸塩二酸化
 鉛系少なくとも20重量部と混合し、かつ均一化す
 ることを特徴とする、H₂VTシリコーン材料の連続
 的製造法。
2. 得られた、混練していないH₂VTシリコーン材料
 が15～180mm²の断面のローラー装置を有す
 る、請求の範囲1記載の方法。
3. 500～5000g/gの割合を有するジオル
 ガノ（ポリ）シロキサンを使用する、請求の範囲1
 または2記載の方法。
4. 炭酸塩二酸化鉛系としては炭酸鉛および/または
 炭酸鉛系による二酸化鉛が使用される、請求の範
 囲1から3までのいずれか1項記載の方法。
5. H₂VTシリコーン材料が次の組成：
 ジオルガノ（ポリ）シロキサン 100重量部
 0.01と5/1を上回る密度の樹脂を有する
 炭酸塩二酸化鉛系 20～200重量部
 他の添加剤 0～100重量部
 溶剤改質剤 0～30重量部

材料の連続的製造法、

特 許 要 約 6-503016 (2)

6. 炭酸鉛 0～70重量部
 他の添加剤 0～30重量部
 を有する、請求の範囲1から4までのいずれか1項
 記載の方法。
7. 一軸バックステップ流線機が10～100（D＝
 スクリュー直径）の全長を有する、請求の範囲1か
 ら5までのいずれか1項記載の方法。
8. ジオルガノ（ポリ）シロキサンが一軸バックス
 テップ流線機の0～40の範囲内で配量され、炭酸塩
 二酸化鉛が0.5～100の範囲内で配量される、
 請求の範囲1から5までのいずれか1項記載の方法。
9. 一軸バックステップ流線機内の温度が20～28
 0℃である、請求の範囲1から5までのいずれか1
 項記載の方法。
10. 一軸バックステップ流線機を有する装置を、圧力形
 成機、炭酸鉛ローラー装置の両方を含む装置と称し、1
 00℃未満の温度に冷却するため導入し、この装置
 上で、場合によっては炭酸鉛および/または炭酸鉛
 系および/または添加剤も導入可能である、請求の範囲
 1から5までのいずれか1項記載の方法。
11. 炭酸鉛混合樹脂を有する材料を、炭酸鉛ローラー装
 置の両方を含む装置によって圧力形成を行なう場合、1
 00℃未満の温度に冷却するための導入し、この装置
 上で場合によっては炭酸鉛および/または炭酸鉛系お
 び/または添加剤も導入可能である、H₂VTシリコーン

明 細 書

H₂VTシリコーン材料の連続的製造法

本発明は、専門分野ではH₂VT（High Temperature Vulcanizing）シリコーン材料として知られる、ジ
 オルガノ（ポリ）シロキサンを基質とする熱加成型シ
 リコーン材料の連続的製造法に関する。このH₂VTシ
 リコーン材料は加型工業中の標準品で、H₂VT（Re
 ca Temperature Vulcanizing）シリコーン材料と区別
 される。H₂VTシリコーン材料が、室温と比較して高
 い温度で初めてラジカル反応もしくは熱付着反応を遂
 げて硬化する一方、一般のH₂VTシリコーン材料の適
 宜空気雰囲気中、あるいは他の雰囲気中を露して露に
 空気中で付着される。一般のH₂VTシリコーン材料は適
 宜溶剤を最大で10重量%の量で有する。これと比
 較して、H₂VTシリコーン材料の場合の溶剤改質剤の
 含量は少なくとも20重量%である。H₂VTシリコー
 ン材料とH₂VTシリコーン材料との相違は、例えば
 Windacker, Kuehler, 第5巻, Anorganische Technol
 ogie II, 第4版, 1982年, カール・ハンザー（C
 arl Hanser Verlag）, ミュンヘン、ウイーン, 242～
 245頁, J. Bickel, Kautschuk, Gummi, Kunststoffe
 9, 第5巻, Nr. 1/80 または J.C. Keim in Progre
 sses of Rubber Technology, edited by S.K. Kurell,

特表平特-503048 (3)

R T V シリコーン液

一様な材料の調製: H T V, 溶媒塩化ガム

R T V: ベース液

この異なる状態は既に種々の特許出願の方法から認められる。例えばH T V材料の場合、弾性ゴム状の工業で採用されているムーニー(Mooney)超厚計が使用されるが、これに対してR T V材料の場合には回転粘度計および圧搾機が用いられる。

尚って、H T Vシリコーン材料は、目下の告知特許水準によればほとんど専ら不連続的に成形機、内部混合機または混合ローラー内で、混入物質を混合することによって製造される。

欧州特許第2,581,599号明細書の開示によれば、均一で連続なペーストの形の注液混合物を連続的に製造し、この結果、非常に簡便なシリコーンエラストマーが得られる方法が示されており、この場合、無灰の二酸化シリコーン凝縮機にポリシリキサン凝縮ポリマーおよび粉末状成分が入れられる、有利に移送成分は僅少なり、1kg/lを上回る密度を有する二液系組成である。

不利なことに、この方法の場合、供給する凝縮剤に依存して時間により一定でない粘度増大が生じる。プラスの粘度増大を避けるためには、非常に高い純度の出発および長い停留時間をもたず、強い混合機が必須である。更に、粘度増大による欠乏な機械強度が

River Applied Science Publishers, Ltd., イギリス, 1984年 55-106頁にも示されている。

欧州特許出願公開第2,142,255号明細書およびこれに相応する米国特許第4,377,581号明細書の記載によれば、一成分R T Vシリコーン材料の連続的製造法は公知であり、この場合第一段階で製造されるポリオルガノ(ポリ)シリキサン、溶媒剤および任意に添加される凝縮剤および任意に一歩または二歩の、場合によっては使用される助剤が、連続作業する混合器混合器中で混合せられ、および第二段階では凝縮型バックステップ凝縮機(即ち、 Si-O-Si 結合を形成する)中で、このようにして得られた材料に、第一段階では添加されなかった溶媒剤および/または凝縮剤ならびに場合によっては使用される助剤の調製が調整され、および材料はこの凝縮機中で均一化され、かつ脱ガスされる。

H T Vシリコーン材料は、時に次の点でR T Vシリコーン材料と相違する:

H T Vの場合、使用されるポリマーの分子量に高い粘着性

一成分の調製方法: R T V: 連続化剤
R T V: 真空乾燥シラン

一成分の連続化剤: R T V: シロキサンジオール

および凝縮剤汚染の危険が存在する。

本発明の課題は、公知技術の不利な点を克服する、H T Vシリコーン材料の連続的製造法を開示することである。

この課題はH T Vシリコーン材料を連続的に製造する方法によって解決され、この方法は、流動性の一成分バックステップ凝縮機中で、25℃で50〜100000Paの圧力を有するシリオルガノ(ポリ)シリキサン100重量部を、0.01kg/lを上回る密度を有する低粘度二酸化シリキサンと20重量部と混合し、かつ均一化することによって粉砕付けられる。

本発明による方法によれば、プラスの流動性、例えば均一で透明な外観、良好な貯蔵性、一定のムーニー粘度および一定のシロア(Shore)硬度を有するH T Vシリコーン材料を得ることが可能である。

本発明による方法の場合、従来不連続的に製造された全てのH T Vシリコーン材料用原料は、連続的に生産されることが出来る。この種の原料の例は、Chemistry and Technology of Silicones, W. Ball, アカデミック・プレス社(Academic Press, Inc.) オークランド, U.S.A., 400〜445頁に記載されており、これに関連して開示されている。

H T Vシリコーン材料は、シリオルガノ(ポリ)シリキサンおよび低粘度二酸化シリキサンと他の成分、例

として、凝縮剤、溶媒剤および、場合によっては添加剤、例えば熱安定剤、触媒剤および顔料を含有している。

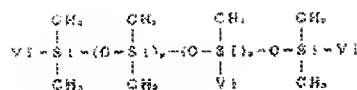
得られる、製造していないH T Vシリコーン材料は、粘度に15〜130ムーニー粘度(ムーニー粘度値、 $\text{ML} + 10$)、23℃でのムーニー粘度(即ち、 DIN 53523)を有し、これから溶媒化剤を用いたエラストマーが得られる。

本発明によれば、25℃で50〜100000Paの圧力、有利に500〜50000Paの圧力を有するシリオルガノ(ポリ)シリキサンが使用される。

本発明により使用したシリオルガノ(ポリ)シリキサン中のシリオルガノは、有利にメチル基、ビニル基、フェニル基および/またはトリフルオロメチル基である。有利なトリフルオロメチル基は、3,3,3-トリフルオロメチル基である。シリオルガノ(ポリ)シリキサン中にメチル基および/またはトリフルオロメチル基以外にフェニル基および/またはビニル基が存在する場合には、これらの基によって有利な薬物量は、0.01〜30モル%、特に、0.01〜25モル%である。

有利にはトリメチル基、ジメチルビニル基、メチルジビニル基および/またはトリビニルシリキサンを用

證表平 6-503048 (7)



$$0 \leq \lambda \leq 2\pi$$

[a](#)
[b](#)
[c](#)
[d](#)
[e](#)
[f](#)
[g](#)
[h](#)

2 / 2 = 3 4 5 6

號數：20000844 (257)

洗滌機を150リットルに高度調整し、スチロールの容器
腔を100リットルに調整した。貯め込みホリマーのた
めの予備混合溶液の後に更に200の洗滌機を2に反てて
松永赤豆製産物製を介して、洗滌機腔内洗滌機を洗
滌した。洗滌装置：300と8ノリ。洗滌の終を認め得
ない。300と8ノリである。供給した洗滌を150
を注ぎホリマーと一緒に均一化し、引込み物ホリマー
を経て洗滌した。物質濃度：100 パック・ミルテツ洗
滌機は洗滌中（所定時間：3分）である。洗滌であり
180と8ノリの洗滌で保ちに供給した洗滌であり
た。洗滌は洗滌洗滌によって洗滌行われる。

外 観	1 時間後	2 時間後	3 時間後
	の 数 値		
胚 芽 着 床	胚 芽 着 床	胚 芽 着 床	胚 芽 着 床
1 時 間 後	3.6	3.2	3.7
2 時 間 後	4.3	4.4	4.6

	1 時間	2 時間	3 時間
	の 試 験 体	の 試 験 体	の 試 験 体
外 数	第一 / 第二	第一 / 第二	第一 / 第二
地点評価	中	中	中 / 左側
第一 / 第二	35	40	37
第一 / 第二	47	50	47

* 3.6日で(1日分)で加飯し、相模を全分のた(4
時前)で解送等後、英機利：過酸化サキル

22 45 42 42 :

二、環境の改善する環境政策の推進により、地理によ
り一定でない生産物の性質が起む。その上に、環境
政策は明らかに強い環境増進命令と環境改善を促している。
生産物の質は、明らかに、特に公共サービスと環境が
かかっている。環境政策の推進するにたいては、環境の改善が
生じる。

* 2.4.5℃(15分)で卸出し、引続き200℃(4時間)で熱処理。原料系：過酸化マグネシウム

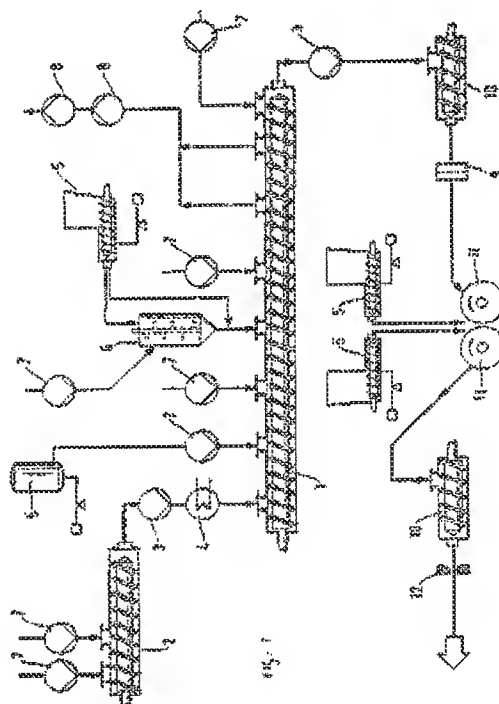
終止原因、ガラスの溶解物の性質および溶解の速度

花 魁 金

例と同様に比較実験を二軸スクリュー押出し機（グスターマン（Gustermann）製、110馬力）を用いて行つた。投入物質および温度は前述の例からのもので、攪拌速度および供給速度は右の通りである。攪拌速度は同一であつた。送り量は攪拌速度に比例してあり、攪拌を引続き攪拌速度の幾何級数として攪拌機に導入した。更にしきりを加へて、中の攪拌機の攪拌速度に等置した。

スクリーン位置：第0面、距離長：200、
ケーシングおよびスクリーン材料：150で

图例数：4 3 5 6 21

[illegible]

特許庁長官 宛 (自席)

平成5年 8月 6日

特許庁長官 宛

1. 事件の表示

PCT/EP 92/00080

2. 発明の名称

HfVシリコン材料の連続的製造法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名 称 ワンコーゲミー グゼルンヤフト エフ
ト ベンシュレングデル ハフフング

4. 代理人

住所 〒100 東京都千代田区丸の内3丁目3番1号

S&S/Patent 5535 電話(3216)5531-64

氏名 (日付) 非関税 矢野 敏 雄

5. 補正命令の日付

平成 年 月 日

6. 補正により増加する請求項の数 0

7. 補正の対象

請求の範囲

8. 補正の内容

別紙の通り



し、この装置上で場合によっては炭素質および/または原料および/または添加剤も混入できる、請求項1記載の方法。

特許平8-503048 (8)

請求の範囲

1. HfVシリコン材料の連続的製造法において、流動型の一箱バックストップ連続機中で、25℃で50～100000Paの圧力を加えるジオルガノ（ボタ）シロキサン100重量部を、0.01kg/lを上回る炭素密度を有する炭素質に酸化還元剤と混合し、かつ同一化することとを特徴とする、HfVシリコン材料の連続的製造法。

2. 一箱バックストップ連続機を流る物質を、圧力形成後、連続的ローラー装置の隙分け装置を経て、100℃未満の温度に冷却するために導入し、この装置上で、場合によっては炭素質および/または原料および/または添加剤も混入可能である、請求項1記載の方法。

3. 連続機を流る材料を、連続的ローラー装置の隙分け装置によって圧力形成を行なった後、100℃未満の温度に冷却するために導入

国際調査報告

International Search Report No. PCT/JP 92/00080

1. 特許請求の範囲 (Claims)	
2. 発明の要旨 (Summary)	
3. 特許請求の範囲 (Claims)	
4. 特許請求の範囲 (Claims)	
5. 特許請求の範囲 (Claims)	
6. 特許請求の範囲 (Claims)	
7. 特許請求の範囲 (Claims)	
8. 特許請求の範囲 (Claims)	
9. 特許請求の範囲 (Claims)	
10. 特許請求の範囲 (Claims)	
11. 特許請求の範囲 (Claims)	
12. 特許請求の範囲 (Claims)	
13. 特許請求の範囲 (Claims)	
14. 特許請求の範囲 (Claims)	
15. 特許請求の範囲 (Claims)	
16. 特許請求の範囲 (Claims)	
17. 特許請求の範囲 (Claims)	
18. 特許請求の範囲 (Claims)	
19. 特許請求の範囲 (Claims)	
20. 特許請求の範囲 (Claims)	
21. 特許請求の範囲 (Claims)	
22. 特許請求の範囲 (Claims)	
23. 特許請求の範囲 (Claims)	
24. 特許請求の範囲 (Claims)	
25. 特許請求の範囲 (Claims)	
26. 特許請求の範囲 (Claims)	
27. 特許請求の範囲 (Claims)	
28. 特許請求の範囲 (Claims)	
29. 特許請求の範囲 (Claims)	
30. 特許請求の範囲 (Claims)	
31. 特許請求の範囲 (Claims)	
32. 特許請求の範囲 (Claims)	
33. 特許請求の範囲 (Claims)	
34. 特許請求の範囲 (Claims)	
35. 特許請求の範囲 (Claims)	
36. 特許請求の範囲 (Claims)	
37. 特許請求の範囲 (Claims)	
38. 特許請求の範囲 (Claims)	
39. 特許請求の範囲 (Claims)	
40. 特許請求の範囲 (Claims)	
41. 特許請求の範囲 (Claims)	
42. 特許請求の範囲 (Claims)	
43. 特許請求の範囲 (Claims)	
44. 特許請求の範囲 (Claims)	
45. 特許請求の範囲 (Claims)	
46. 特許請求の範囲 (Claims)	
47. 特許請求の範囲 (Claims)	
48. 特許請求の範囲 (Claims)	
49. 特許請求の範囲 (Claims)	
50. 特許請求の範囲 (Claims)	
51. 特許請求の範囲 (Claims)	
52. 特許請求の範囲 (Claims)	
53. 特許請求の範囲 (Claims)	
54. 特許請求の範囲 (Claims)	
55. 特許請求の範囲 (Claims)	
56. 特許請求の範囲 (Claims)	
57. 特許請求の範囲 (Claims)	
58. 特許請求の範囲 (Claims)	
59. 特許請求の範囲 (Claims)	
60. 特許請求の範囲 (Claims)	
61. 特許請求の範囲 (Claims)	
62. 特許請求の範囲 (Claims)	
63. 特許請求の範囲 (Claims)	
64. 特許請求の範囲 (Claims)	
65. 特許請求の範囲 (Claims)	
66. 特許請求の範囲 (Claims)	
67. 特許請求の範囲 (Claims)	
68. 特許請求の範囲 (Claims)	
69. 特許請求の範囲 (Claims)	
70. 特許請求の範囲 (Claims)	
71. 特許請求の範囲 (Claims)	
72. 特許請求の範囲 (Claims)	
73. 特許請求の範囲 (Claims)	
74. 特許請求の範囲 (Claims)	
75. 特許請求の範囲 (Claims)	
76. 特許請求の範囲 (Claims)	
77. 特許請求の範囲 (Claims)	
78. 特許請求の範囲 (Claims)	
79. 特許請求の範囲 (Claims)	
80. 特許請求の範囲 (Claims)	
81. 特許請求の範囲 (Claims)	
82. 特許請求の範囲 (Claims)	
83. 特許請求の範囲 (Claims)	
84. 特許請求の範囲 (Claims)	
85. 特許請求の範囲 (Claims)	
86. 特許請求の範囲 (Claims)	
87. 特許請求の範囲 (Claims)	
88. 特許請求の範囲 (Claims)	
89. 特許請求の範囲 (Claims)	
90. 特許請求の範囲 (Claims)	
91. 特許請求の範囲 (Claims)	
92. 特許請求の範囲 (Claims)	
93. 特許請求の範囲 (Claims)	
94. 特許請求の範囲 (Claims)	
95. 特許請求の範囲 (Claims)	
96. 特許請求の範囲 (Claims)	
97. 特許請求の範囲 (Claims)	
98. 特許請求の範囲 (Claims)	
99. 特許請求の範囲 (Claims)	
100. 特許請求の範囲 (Claims)	

発表号 G-503043 (9)

国際調査報告

97-5200089
14 55337

This document contains information which is classified as "Secret" pursuant to the provisions of the Espionage Laws of the United States. It is intended for the use of the Department of Defense only. It is not to be distributed outside the Department of Defense. The Department of Defense Office of the Inspector General is authorized to release this information for the purpose of information.

CONFIDENTIAL (U.S. GOVERNMENT PROPERTY) (U.S. GOVERNMENT PROPERTY) (U.S. GOVERNMENT PROPERTY)

4 CH. A. 236873 UNPUBLISHED INFORMATION 1-10
20 June 1973, from the author's collection

Person's name (last name first)	Person's date	Person's name (last name first)	Person's date
JP-A- 4254430	18-08-79	JP-A- 43285565	16-08-78
		JP-B- 44043030	18-11-79
US-A- 2572547	28-03-73	JP-A- 785565	18-08-68
		JP-A- 1058414	05-11-68
		JP-A- 8009527	07-11-68
		JP-A- 1243123	26-03-71
US-A- 2618053	09-11-73	JP-A- 744879	16-08-78
		JP-A- 843842	26-05-78
		JP-A- 507753	31-05-71
		JP-A- 2014600	18-10-70
		JP-A- 2038213	08-01-71
		JP-A- 1885422	08-05-72
		JP-A- 7004654	06-10-70
		JP-A- 487139	18-10-70
JP-A- 6058190	02-03-68	JP-A- 2652710	18-02-68
US-A- 634655	29-06-73	None	

This document contains information which is classified as "Secret" pursuant to the provisions of the Espionage Laws of the United States. It is intended for the use of the Department of Defense only. It is not to be distributed outside the Department of Defense. The Department of Defense Office of the Inspector General is authorized to release this information for the purpose of information.

フロントページの続き

(72)発明者 ラトカ, ルードルフ
ドイツ連邦共和国 D-8263 ブルクハウ
ゼン ブラームス-シュトラッセ 2ア-

(72)発明者 シュリープ, アロイス
ドイツ連邦共和国 D-8263 ブルクハウ
ゼン マリー-エーベルト-シュトラッセ
5